

66-

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

## IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.

DIALOG(R)File 352:Derwent WPI  
(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

007583691

WPI Acc No: 1988-217623/198831

Prepn. of high bulk density detergent compsn. - by drying slurry of sodium sulphonate of satd. fatty acid, zeolite sodium carbonate, kneading and pulverising

Patent Assignee: LION CORP (LIOY )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 63154799	A	19880628	JP 86302336	A	19861218	198831 B
JP 96016236	B2	19960221	JP 86302336	A	19861218	199612

Priority Applications (No Type Date): JP 86302336 A 19861218

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 63154799	A	8		
JP 96016236	B2	7	C11D-011/00	Based on patent JP 63154799



Abstract (Basic): JP 63154799 A

Detergent compsn. is prep'd. by drying a slurry of detergent compsn. comprising Na sulphonate of satd., fatty acid, zeolite and Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> and opt. NaHCO<sub>3</sub>, kneading uniformly the dried compsn. with nonionic surfactant in a wt. ratio of Na sulphonate/ nonionic surfactant of 1. 0-3. 5 under a strong shearing force and pulverising the kneaded compsn. through a multistage cutter mill equipped with classifiers sequentially from the coarse to the fine particles.

The sulphonate salt is pref. Na salt of sulphonated (1-6C alkyl)(12-20C fatty acid ester). The nonionic surfactant is pref. adduct of 8-18C prim. or sec. alcohol with ethylene oxide or propylene oxide or fatty acid ester with ethylene glycol.

USE/ADVANTAGE - The detergent has high washing power in hard water, high solubility in cold water and is prep'd. with high yield on a large scale. The compsn. is spherical has high fluidity and high bulk density.

0/0

Derwent Class: D25; E12; E17; E34

International Patent Class (Main): C11D-011/00

International Patent Class (Additional): C11D-001/28; C11D-003/12; C11D-010/02; C11D-001-28; C11D-003-10; C11D-003-12

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑪ 公開特許公報 (A) 昭63-154799

⑫ Int.Cl. <sup>4</sup>	識別記号	厅内整理番号	⑬ 公開 昭和63年(1988)6月28日
C 11 D 11/00		7144-4H	
10/02		7144-4H	
//(C 11 D 10/02			
1:28			
3:12			
3:10			

審査請求 未請求 発明の数 1 (全 8 頁)

⑭ 発明の名称 高嵩密度洗剤組成物の製造方法

⑮ 特願 昭61-302336

⑯ 出願 昭61(1986)12月18日

⑰ 発明者 永合一雄 千葉県千葉市高洲2-2-9-305  
⑱ 発明者 新條佳子 千葉県千葉市幸町2-11-17-309  
⑲ 発明者 中村昌允 千葉県千葉市畠町477-10  
⑳ 出願人 ライオン株式会社 東京都墨田区本所1丁目3番7号  
㉑ 代理人 弁理士 白村文男 外1名

明細書

1. 発明の名称

高嵩密度洗剤組成物の製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩、ゼオライトおよび炭酸ナトリウムあるいはさらに重炭酸ナトリウムを含む洗剤原料組成物のスラリーを乾燥して得た乾燥物と非イオン界面活性剤とを、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩/非イオン界面活性剤=1.0~3.5(重量比)の範囲で、強力な剪断力の下で均一に混合・捏和し、ついで、該捏和物をスクリーン分級機器を有したカッターミル型の破砕機を用い、スクリーン穴径の大きい破砕機から小さい破砕機へ順次供給して多段破砕することを特徴とする高嵩密度洗剤組成物の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

技術分野

本発明は、飽和脂肪酸エステルのスルホン化

物のナトリウム塩を含む高嵩密度洗剤組成物を、溶解性を改善して高収率で、かつ、工業的に大量生産する方法に関する。

技術背景

飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩は、洗浄力、耐硬水性に優れた界面活性剤であり、無リン洗剤の活性成分としても注目されている。

しかしながら、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩は、熱により加水分解を受けやすく、従来から一般に用いられている噴霧乾燥法により粒状洗剤としようとするとき、噴霧乾燥中にエステルが分解して、洗浄力の低いスルホ脂肪酸のジ塩に変化してしまうという問題があった。

現在市販されている衣料用洗剤としては、噴霧乾燥品が主流を占めている。この洗剤は、噴霧乾燥法により平均粒径200~800μm程度のビーズ状中空粒子とされており、嵩密度が0.3g/cm<sup>3</sup>程度と低くなる。しかし、噴霧乾燥洗剤は、輸送コストがかさむ上に、保管・陳列にもかなりのスペースが必要であり、さらに一

## 特開昭63-154799(2)

般家庭においても置き場所に困ったり、計量しにくいという問題があった。

これに対し、従来の噴霧乾燥洗剤の欠点を解消し、濃縮化することにより少ない洗剤使用量で洗浄が可能な高濃度粒状洗剤の組成や製造方法が提案されている(特開昭60-72988号公報、同60-72989号公報、同60-95698号公報、同61-69899号公報、同61-76597号公報)。このような破砕造粒法によれば、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩が、製造時に熱分解してしまうことも防止できる。

特開昭60-141091号には、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩を含む高濃度洗剤組成物の製造方法として、これらの洗剤原料を捏和、混合したのち解砕し、ついで、平均一次粒径10μm以下の水不溶性微粉体でコーティングすることが提案されている。しかしこの方法では工業的に原料粉体を大量に得ることが困難である。

特開昭61-80917号明細書には、アニオン界面

本発明は、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩を含む高濃度洗剤組成物において、溶解性を著しく改善し、かつ、良好な外観形状で大量生産が可能な製造方法を提供することを目的とする。

### 【明細の構成】

本発明の高濃度洗剤組成物の製造方法は、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩、ゼオライトおよび炭酸ナトリウムあるいはさらに重炭酸ナトリウムを含む洗剤原料組成物のスラリーを乾燥して得た乾燥物と非イオン界面活性剤とを、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩/非イオン界面活性剤=1.0~3.5

(重量比)の範囲で強力な剪断力の下で均一に混合・捏和し、ついで、該捏和物をスクリーン分级能を有したカッターミル型の破砕機を用い、スクリーン穴径の大きい破砕機から小さい破砕機へ順次供給して多段破砕することを特徴とする。

活性剤およびゼオライトを含むスラリーを乾燥して得た乾燥粉体と、他の洗剤原料とを捏和、混合して高濃度洗剤とすることが提案されている。その実施例において、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物およびゼオライトとをドラム乾燥して得た乾燥粉体と、ケイ酸ナトリウムと不饱和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩とを捏和混合して破碎造粒している。

また、ここまで用いてきたアルカリビルダーについて見てみると、カリウム塩型のアルカリビルダーでは洗浄力が著しく低下し、ケイ酸ナトリウムでは経時により不溶化が起こり、また、炭酸ナトリウムでは溶解性の低下がみられた。

しかし、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の高洗浄力を十二分に發揮せしめるには、アルカリビルダーは必要不可欠のものである。中でも、炭酸ナトリウムは性能、価格等の面で総合的に優れ、工業的に好適なビルダーである。

### 【発明の目的】

以下、本発明についてさらに詳細に説明する。

本発明では、まず飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩と、ゼオライトと、炭酸ナトリウム(アルカリビルダー)とを含む乾燥物を用意する。また、さらにアルカリビルダーとして重炭酸ナトリウムを含有させることもできる。重炭酸ナトリウムを配合することによりpHを調整し、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の分解を制御することができる。

飽和脂肪酸エステルのスルホン化物としては、脂肪酸残基の炭素数が12~20の飽和脂肪酸の低級アルキルエステルのスルホン化物の塩が代表的であって、低級アルキル基の炭素数が1~6のものが適当である。この中でも脂肪酸残基の炭素数が14~18、低級アルキル基の炭素数が1~2のものが好適である。また、塩としてはナトリウム塩が用いられる。

飽和脂肪酸エステルのスルホン化物の塩は、得られる高濃度洗剤組成物中に5~30重量%

配合されるように用いるのが適当であり、好ましくは10~25重量%である。

ゼオライトは、乾燥物中に20~35重量%含有されることが好ましい。

アルカリビルダーとして、炭酸ナトリウム、重炭酸ナトリウムが用いられる。炭酸ナトリウムは25~45重量%、重炭酸ナトリウムは0~20重量%の量、乾燥物中に含まれることが望ましい。

また、必要に応じて以下の任意成分を含有することができ、例えば、アルキル硫酸塩(A-S)、ポリエトキシアルキル硫酸塩(A-E-S)、アルキルアリールスルホン酸塩(L-A-S)、オレフィンスルホン酸塩(O-S)、セッケンなどの陰イオン界面活性剤;クエン酸ナトリウム、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、ニトリロ三酢酸ナトリウムなどのキレートビルダー;着光剤、色素などが挙げられる。これら各成分は、捏和工程で添加することもできる。また、漂白組成物、酵素、香料などを最終製品に添加してもよい。

コールにEOおよびプロピレンオキサイド(PO)を付加させたアルコールEO-PO付加型非イオン界面活性剤。

(3)脂肪酸エステルにEOを付加させた脂肪酸EO付加型ノニオン界面活性剤。

アルコールEO付加型非イオン界面活性剤は、そのEO付加モル数が8~30のものが望ましい。アルコールEO-PO付加型非イオン界面活性剤は、EOを平均8~20モル、POを平均3~15モル付加させたものが好ましい。脂肪酸EO付加型非イオン界面活性剤は、EOを平均8~30モル付加させたものが好ましく、また、脂肪酸エステルとしては炭素数12~18の飽和または不飽和脂肪酸エステルが好適である。

さらに、(b)非イオン界面活性剤は、乾燥物中の(a)飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩に対して、(a)/(b)=1.0~3.5、好ましくは1.2~2.5の割合で配合することが必要である。この値が1.0未満では、非イオン界面活性剤が多すぎるために、溶解時に洗剤粒子

噴霧乾燥は、常法により行なうことができ、例えば、上記洗剤成分100重量部に対して50~100重量部の水を含む洗剤スラリーを、向流式噴霧乾燥塔で乾燥することにより行なわれる。スラリーは、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の加水分解を抑えるため、pHを12以下とすることが望ましい。

得られる噴霧乾燥物の水分は、上記洗剤成分100重量部に対して10重量部以下とすることが、後工程でのハンドリングを考慮した粉体物性の面から好ましい。

ついで、乾燥物と非イオン界面活性剤とを均一に混合・捏和して捏和物とする。

非イオン界面活性剤としては、次のものが好適に用いられる。

(1)平均炭素数8~18の一級または二級アルコールにエチレンオキサイド(EO)を付加させたアルコールEO付加型非イオン界面活性剤。

(2)平均炭素数8~18の一級または二級アル

表面でゲル化が生じて溶解速度が低化し、また、付着性が増大するために製造性が劣化する。一方、3.5を超えると溶解性改善効果が充分でない。

非イオン界面活性剤による溶解性改善効果を十分に発揮させるためには、乾燥物中の飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩と非イオン界面活性剤とを微視的に均一混合することが必要である。そこで、乾燥物と非イオン界面活性剤とは、強力な剪断力のもとで均一に混合・捏和される。この混合・捏和はニーダにより行なうことができ、通常ニーダが好適である。特に、後段の破碎工程において、破碎機への負荷を軽減するためには捏和物をペレット化して供給することが好ましいことから、均一捏和とペレット化との両機能を具えたニーダーが好ましく、例えば、栗本鉄工所㈱から、KRCニーダーとして市販されている。

通常の押出機は、圧力はかかるものの均一混合という点では不十分であり、十分な溶解性改

導効果が得られない。押出機は、緊密捏和を作成した後のペレット化のための補助装置として用いることができる。

非イオン界面活性剤を捏和・混合することにより、得られた高嵩密度洗剤の溶解性が著しく改善され、また、アルカリビルダーとして炭酸ナトリウムの使用が可能となった。さらに、非イオン界面活性剤を添加することにより、洗剤組成物の混ざり性も改善される。

得られた捏和物は、スクリーン分級機能を有したカッターミル型の破碎機を用い、スクリーン穴径の大きい破碎機から小さい破碎機へ順次供給して多段破碎される。

スクリーン穴径の大きいカッターミルタイプの破碎機から小さい穴径のものに順次供給し、目的粒径の造粒物となるまで多段破碎することにより、破碎機投入前後の平均粒子比が小さくなり、過度な破碎を受けず、微粉量が減少して収率が向上する。

また、過度な破碎を受けないことと、破碎室

内の円心効果(擦粒)を多く受けることが相まって、シャープな粒度分布をもち、偏平粒子や針状粒子がほとんどない形状の改善された破碎造粒物が得られ、商品価値の高い嵩密度洗剤の造粒方法として工業的に有効な方法である。

さらに、多段破碎造粒に用いるのと同じ数の破碎機を従来技術の一段破碎方法として並列に並べた場合と比較して、破碎能力を向上させることができる。この場合に各段の破碎機において、破碎機の出入口での平均粒子径比を適切な値に設定し、必要な破碎の程度(小粒化)量を各段に割り振ることにより、破碎能力をよりいっそう効果的に改善することができる。

捏和物はカッターミルによる破碎に先立って、前述の連続ニーダーや押出し成形等によりペレットにすることが適当である。ペレットの径は $2\sim10\text{ mm}$ が好適であり、好ましくは $4\sim7\text{ mm}$ である。ペレット径が小さくなりすぎると、押出し圧力の上昇により押出し機に取付けられたダイスの変形等のトラブルの原因となる。一方、

ペレット径が大きすぎると、破碎機への負荷が増大する。また、ペレットの長さは、ペレット切断用ナイフへの付着や破碎機への負荷を考慮すると、 $5\sim30\text{ mm}$ が適当であり、好ましくは $5\sim15\text{ mm}$ である。

ペレットは、分級スクリーンを有したカッターミルタイプの破碎機で多段に破碎されて、破碎造粒される。

最終破碎造粒物の平均粒径は $300\sim1500\mu\text{m}$ が良好で、好ましくは $500\sim1000\mu\text{m}$ である。粒径が大きいと洗濯中の溶解性が遅くなり、布付着、洗浄力低下の問題が生じ、逆に小さいと微粉の増加による発塵量の増大と破碎収率の低下につながる。

カッターミルタイプの破碎機としては、多段の回転破碎刃を有し、 $360^\circ$ 解放スクリーンを通して破碎物が排出されるものであり、例えば、ニュースピードミル(岡田精工機)として市販されている。スクリーンの開口径を調整することにより任意の上限粒径を設定することができる。

スクリーンは、金網タイプ、ヘリンボンタイプ、パンチングメタルタイプなど特に限定されないが、スクリーン強度、破碎物の形状を考慮すると、パンチングメタルが好ましい。

嵩密度洗剤の多段破碎における破碎能力は、破碎機が直列に接続されるため、大能力で且つ各段共通となるようにすることが好ましい。これを実現するためには、スクリーン穴径の選定により得られる破碎機入口、出口の平均粒子径の比に最適な値があることが見出された。

$dp_1 > 5000\mu\text{m}$	: $dp_1/dp_2 = 1.1\sim6$
$5000\mu\text{m} > dp_1 > 2000\mu\text{m}$	: $dp_1/dp_2 = 1.1\sim3$
$2000\mu\text{m} > dp_1 > 1000\mu\text{m}$	: $dp_1/dp_2 = 1.1\sim1.5$
$dp_1 \leq 1000\mu\text{m}$	: $dp_1/dp_2 = 1.1\sim1.3$

$dp_1$  : 破碎機に投入される粒子の平均粒子径  
 $dp_2$  : 破碎機から排出される粒子の平均粒子径

破碎処理開始時の平均粒子径と所望する破碎造粒物の平均粒子径とが設定されると、これに従っておのずと破碎段数が決定される。そのとき、スクリーン穴径と得られる破碎物の平均粒子径との関係を予め実験で得ておけば、さらに効果的である。

## 特開昭63-154799(5)

また、上記関係からも判るように、大きい粒子径では、体表面積が小さく破碎機にかかる負荷も小さいので、入口-出口での平均粒子径の比が広くとれる。そこで、多段破碎に際しては、上段の破碎機で可能な限り破碎粒径を小さくすることが望ましい。

多段破碎に際しては、各段毎の破碎機の排出口に篩を設け、所望粒度の破碎物のみを次段の破碎機に供給することもできるが、篩の目詰まり、系の複雑化、網付面積の増加の点で不利である。そこで、1段目の破碎機からの排出物(破碎物)をそのまま2段目(さらには順次3段目以降)の破碎機に供給する直結型が好ましい。

破碎に際しては、破碎助剤を添加することが好ましい。破碎助剤は一般に粉砕助剤(grinding aid)として知られており、粉砕機中に少量添加することにより、粉砕効率の低減、粉砕粒度の改善、粉砕製品の性状の改善などの作用を有する。

破碎助剤の粒度は50μm以下が好適であり、

好ましくは20μm以下である。また、添加量は破碎量に対して0.5~10重量%が好適である。破碎助剤の種類としては、ステアリン酸塩、A型ゼオライト等のアルミノ珪酸塩、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、珪酸マグネシウム、二酸化珪素、二酸化チタン、微粉碎された炭酸ナトリウム、硫酸ナトリウムが望ましい。これらの破碎助剤が破碎物表面に付着し、破碎物の表面活性を低下させることにより、破碎機への付着防止およびこれに伴なう破碎効率の低減や、破碎物の流动性改善が図られる。

助剤の添加方法としては、予め破碎前に混合する方法と、多段破碎の1段目に必要量の全量を一括添加する方法と、各段毎に分割添加する方法がある。いずれを選定するも任意であるが、助剤効果および経済性の点で一括添加が望ましい。さらに、破碎機同士を直結し、各段間を密閉することにより(密閉直結型)、助剤の損失が少くなり、少量の助剤添加量で効果的に作用させることができる。

は限らず、A型ゼオライトと重亜硫酸ナトリウムというように組合せてもよい。

### 発明の効果

本発明に従うと、洗浄力が高く耐硬水性に優れた飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩を用いた洗剤組成物において、冷水への溶解性が良好で、かつ、製品形状が球に近く、粉体物性および外観に優れた高濃度の粒状洗剤を高収率で大量生産できるので、工業的な製造方法として好適である。

### 実施例1

後記表-1の組成となるように高濃度洗剤を製造した。この組成のうち飽和脂肪酸メチルエステルのスルホン化物のナトリウム塩、セッケン、炭酸ナトリウムの20/30、A型ゼオライトの20/25、重炭酸ナトリウムを、スラリー水分が55%になるように調整した後、向流式噴霧乾燥塔を用い水分7%まで乾燥した。使用した熱風の温度は360°Cであった。

得られた噴霧乾燥物は、平均粒径350μm、高

破碎熱により破碎物が軟化して破碎機に付着することを防止するために、破碎機内へ冷風を導入することが望ましい。冷風温度は10~25°Cが適当であり、好ましくは15~20°Cである。また、冷風量は0.1~5m<sup>3</sup>/kg(破碎物)が適当である。冷風量が多すぎると、破碎物の温度が著しく低下し破碎物が硬く脆くなるため、過粉砕となり微粉增加および形狀劣化の原因となる。

冷風の導入方法としては、1段目への必要量の一括導入、各段への分割導入のいずれでもよい。また、破碎機より排出された冷風は、粉体と分離した後にリサイクルすることが経済性から見て得策である。

得られた破碎造粒粒子はさらに粉体特性を改善するために、水不溶性粉体でコーティングしてもよい。

また、飽和脂肪酸エステルのスルホン化物のナトリウム塩の加水分解を防止する目的で、コーティング剤として重亜硫酸ナトリウムを用いてもよい。なお、コーティング剤は、一種類と

密度 $0.25\text{ g/cm}^3$ 、安息角 $45^\circ$ と流動性も良好であった。

ついで、上記噴霧乾燥物、青色色素を添加した非イオン界面活性剤(炭素数12~13の一級アルコールにエチレンオキサイド15モルを付加したもの)および炭酸ナトリウムの $10/30$ を、連続ニーダー(栗本鉄工所、KRCニーダー#2型)に導入し、緻密で均一な捏和物を得た。

ニーダーのジャケットには $5^\circ\text{C}$ の冷水を流し、捏和熱等の除去を図った。得られたペレットの温度は $40^\circ\text{C}$ であった。

ニーダーの排出口に、 $5\text{ mm}^{\phi}$ の穴径を80個有した多孔板(厚さ $10\text{ mm}$ )を設置し、捏和物を約 $5\text{ mm}^{\phi} \times 10\text{ mm}$ の円筒状ペレットとした。このペレットは、均一な青色を呈しており、非イオン界面活性剤と噴霧乾燥物、即ち飽和脂肪酸メチルエステルのスルホン化物のナトリウム塩とが均一に混合されていることが判る。

得られたペレットを、重量比で2倍量の $15^\circ\text{C}$ の冷却空気とともに、破砕機(ニュースピード

ミルND-10型、岡田精工㈱)へと導入した。このとき、同時に粉碎助剤として、平均粒径 $1\text{ }\mu\text{m}$ (一次粒径)のA型ゼオライトの $5/25$ を添加した。

破砕機は、長さ $15\text{ cm}$ のカッターをクロス4段で有しております。 $3000\text{ rpm}$ で回転し、スクリーンは $360^\circ$ パンチングメタルからなっている。この破砕機を連続で3段接続し、第1段の破砕機からの排出物(破碎物)を第2段の破砕機に、ついで同様に第3段の破砕機に供給して多段(3段)破碎した。パンチングメタルの穴径を、1段目: $3.5\text{ mm}^{\phi}$ 、2段目: $2\text{ mm}^{\phi}$ 、3段目: $1.5\text{ mm}^{\phi}$ とした。

破砕機を3段通過した粒子を冷却空気から分離して製品(高密度洗剤)とした。

洗剤組成、製造性および製品性状を後記表-1に示した。

#### 実施例2および比較例1~2

非イオン界面活性剤と飽和脂肪酸エチルのスルホン化物のNa塩との比率を表-1のよう

に変えた以外は、実施例1と同様にして高密度洗剤組成物を製造した。その性状を表-1に示した。なお、非イオン界面活性剤の変動分は、同様に消泡効果を有するセッケンで調整した。

#### 実施例3~4

非イオン界面活性剤と飽和脂肪酸エチルのスルホン化物のNa塩との比率を表-1のように変え、噴霧乾燥までは実施例1と同様に製造した。

この噴霧乾燥物、青色色素を添加した非イオン界面活性剤(炭素数12~13の一級アルコールにエチレンオキサイド15モルを付加したもの)および炭酸ナトリウムの $4/30$ 、A型ゼオライトの $5/25$ を、連続ニーダー(栗本鉄工所、KRCニーダー#2型)に導入し、緻密で均一な捏和物を得た。さらに、粉碎助剤としてA型ゼオライトの代りに平均粒径 $30\text{ }\mu\text{m}$ の炭酸ナトリウムを $6/30$ 添加する以外は、実施例1と同様して高密度洗剤組成物を製造した。その性状を表-1に示した。なお、非イオン界面活性剤の

変動分は同様に消泡効果を有するセッケンで調整した。

#### 実施例5

非イオン界面活性剤と飽和脂肪酸エチルのスルホン化物のNa塩との比率を表-1のように変え、噴霧乾燥物中の重炭酸ナトリウム0と変えた以外は実施例1と同様にして、高密度洗剤組成物を製造した。その性状を表-1に示した。なお、非イオン界面活性剤の変動分は同様に消泡効果を有するセッケンで調整した。

なお、実施例1~5で得られた粒状洗剤の製品形状は、いずれも角が取れたほぼ球状であった。

また、表中の溶解速度および製造性は、次のようにして評価した。

#### 溶解速度

ビーカーに $25^\circ\text{C}$ の水 $1\text{ l}$ を入れ、この中に電導度測定用セルを挿入する。ついで、水中に各高密度洗剤組成物を $0.83\text{ g}$ 添加し、低速スターを用い $250\text{ rpm}$ の速度で攪拌して、添加し

た洗剤粒子の90%が溶解する時間を電導度変化から測定して、溶解速度とした。ここで、電導度計としてはHORIBA CONDUCTIVE METER DS-8F型を用いた。

## 製造性

以下の基準で評価した。

○：能力100kg以上で装置への付着がない。

△：能力50kg～100kgで装置への付着がわずかに認められる。

×：能力50kg以下で装置への付着がある。

(以下余白)

	No.	実 施 例					比 較 例
		1	2	3	4	5	
(a) 錫和 SF**	13	13	13	13	13	13	13
(b) 非イオン界面活性剤	8	13	10	6	4	0	15
炭酸ナトリウム	30	30	30	30	30	30	28
重炭酸ナトリウム	6	6	6	6	0	6	6
成形 A型ゼオライト	25	25	25	25	25	25	25
utg センケン	5	0	3	7	9	13	0
その他	5	5	5	5	11	5	5
(a)/(b) 比	1.6	1.0	1.3	2.2	3.3	-	0.87
製品水分 (%)	8	8	8	8	8	8	8
収率** (%)	90	80	90	90	90	90	50
製造性(○)	○	○	○	○	○	○	○
溶解度(g/cc)	0.70	0.79	0.81	0.80	0.81	0.81	0.78
溶解速度(s)	90	85	80	85	-	-	-
備考	-	-	-	-	-	-	錫和SF付着

\*1 錫和脂肪酸メチルエステルスルホン化物のナトリウム塩

\*2 収率は粒径16～60μの値

## 実施例 6～9

実施例 3 と同様の組成において非イオン界面活性剤の種類を表-2 のようにえた洗剤組成物について、実施例 1 と同様の方法で製品を作成した。その性状を表-2 に示す。

表-2

	実施例			
	6	7	8	9
非イオン 界面活性剤	ドバシクスドバノックスソフタノール	ソフタノール	ソフタノール	ソフタノール
界面活性剤 量 (g)	23 J**	25 I**	200**	9050**
製品水分 (%)	8	8	8	8
收率 (%)	90	80	90	90
製造性(○)	○	○	○	○
溶解度(g/cc)	0.70	0.79	0.81	0.80
溶解速度(s)	90	85	80	85

- \*1 塩素数12～14の一級アルコールにエチレンオキサイド10モル付加したもの
- \*2 塩素数12～15の一級アルコールにエチレンオキサイド9モル付加したもの
- \*3 塩素数12～14の一級アルコールにエチレンオキサイド20モル付加したもの
- \*4 塩素数12～14の一級アルコールにエチレンオキサイド9モル、プロピレンオキサイド5モル付加したもの

## 比較例 3

実施例 1 と同様の組成において、連続ニーダーを押し出し機(不二パウダル：ペレッタ、ダブルEXD-60型)に変更し、他の工程については実施例 1 と同様の方法で製品を作成した。押し出し造粒物の色は不均一で破碎機の2段目以降に付着が生じ、10分後に停止した。採取した少量のサンプルの性状を後記表-3 に示す。

## 実施例 10～11 および比較例 4

実施例 1 と同様の組成において、破碎工程を以下のように変えて、破碎機の能力の上限で運転し、他の工程については実施例 1 と同様の方法で製品を作成した。その性状を表-3 に示す。

実施例 10 破碎機は3段

実施例 11 破碎機は2段

スクリーン穴径を2.5mmや  
1.5mmやとする。

比較例 4 破碎機は1段

スクリーン穴径を1.5mmやとす  
る。

また、乾燥工程の違いによる粒子形状の差を  
合わせて表-3に示す。

(以下余白)

表-3

	比較例3	実施例10	実施例11	比較例4
乾燥発能力(kg/hr)	-	150	85	15
運転状況	付着発生 運転停止	問題なし	問題なし	
密度(g/cc)	(0.83)	0.81	0.81	0.75
平均粒径(μ)	(830)	750	750	700
60f pass (%)	(5)	6	4	18
形状	状	球状	球状	扁平・ 針状粒子 が多い